

⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-215318

⑬ Int.Cl.

A 61 K 7/42
7/00

識別記号

庁内整理番号

7133-4C
7306-4C

⑭ 公開 昭和61年(1986)9月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 皮膚外用剤

⑯ 特 願 昭60-56491

⑰ 出 願 昭60(1985)3月20日

⑱ 発明者 高田 定樹 横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂内

⑲ 出願人 株式会社 資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

明細書の添付(内容に変更なし)

明 細 書

1. 発明の名称

皮膚外用剤

2. 特許請求の範囲

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンと有機酸および/またはその塩を配合することを特徴とする皮膚外用剤。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、変色および紫外線吸収能低下防止効果に優れる皮膚外用剤、さらに詳しくは、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンと有機酸および/またはその塩を配合することを特徴とする皮膚外用剤に関するもの。

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンは、紫外線吸収剤として紫外線の防御を目的とするサンスクリーン剤、フ

ァンデーション等の皮膚外用剤成分として近年、脚光をあびている。

[従来の技術]

しかし、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンを単独で皮膚外用剤に配合した場合、着色や経時による変色を起こし、外観を著しく損ない、皮膚外用剤としての品質を低下させる。本発明らの観察によると、そればかりか、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンの紫外線吸収能の低下をも引き起こし、紫外線からの防御に対して効果を低減させるという知見が得られている。従来は、変色に対して、あらかじめ、皮膚外用剤に調色を施し、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンによる着色や変色を目立たなくする配慮はあったが問題点を根本的に解決するものではなかった。また、紫外線吸収能の低下に対する解決法は、全くなかった。

[発明が解決しようとする問題点]

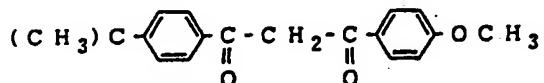
本発明者らは、かかる事情に鑑み脱意研究の結果、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンとともに有機酸および/またはその塩を配合することにより上記の問題点を同時に解決する皮膚外用剤が得られることを見出して本発明を完成した。

【問題を解決するための手段】

すなわち、本発明は、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンと有機酸および/またはその塩を配合することにより得られる品質劣化の少ない皮膚外用剤に関するものである。

以下、本発明の構成について、詳述する。

本発明に用いられる4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンは、



の構造を有する化合物であり、特開昭55-66

キシジベンゾイルメタンおよび、有機酸および/またはその塩を配合できる皮膚外用剤基剤は、通常考えられる皮膚外用剤基剤、たとえば、可溶化系、乳化系、粉末系、粉末分散系、水/油系2層状化粧料、水/油/粉末系3層状化粧料などどのような基剤でもよい。

本発明の皮膚外用剤には、本発明の効果を損なわない量的、質的範囲内で、必要に応じて動植物油やエステル油、トリグリセライドあるいは、高級脂肪酸、高級アルコールなどの天然抽出物、多価アルコール、そのほかの糖誘導体、ピロリドンカルボン酸などの保湿剤、水溶性高分子化合物や粘土鉱物などの増粘剤、防腐剤、界面活性剤、金属イオン封鎖剤、紫外線吸収剤、無機あるいは、有機の粉末、顔料、薬効成分、色素、香料等を配合できる。

【発明の効果】

本発明の皮膚外用剤は、つきのような利点をもっている。

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メト

キシジベンゾイルメタンを製品に配合したとき着色や経時による変色を防止し、かつ、紫外線吸収能の低下がなく製品の品質を保つことが出来る。

皮膚外用剤への配合量は、任意であるが、系への溶解を考慮しなければならない形状のものについては、20重量%以下が好ましい。

本発明に用いられる有機酸および/またはその塩は、グルコン酸、アスコルビン酸、コハク酸、クエン酸、乳酸、酒石酸、硝酸、シュウ酸、マロン酸、吉草酸、ギ酸、酢酸、プロピオン酸などが有名でその1種または、2種以上を配合する。

配合量は、4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンに対して重量で1/5000~20倍量、好ましくは、1/1000~10倍量である。1/5000倍量未満では、有機酸および/またはその塩の濃度が希薄なため問題を解決するに至らない。また、20倍量を越えると効果において変化がなく不経済である。

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メト

キシジベンゾイルメタンを製品に配合したとき着色や経時による変色を防止し、かつ、紫外線吸収能の低下がなく製品の品質を保つことが出来る。

【実施例】

つぎに、試験例および実施例によって、本発明をさらに詳細に説明する。なお、本発明は、これによって限定されるものではない。

試験例1.

下記の処方のサンスクリーンクリームにおいて4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンを5重量%、有機酸および/またはその塩を0重量%、0.005重量%、0.01重量%、0.05重量%、0.1重量%、0.5重量%と変化させてクリームの着色、および経時での変色について観察した。

A.

| | |
|-------|------|
| セタノール | 0.5% |
| ワセリン | 2.0 |
| スクワラン | 7.0 |

| | |
|-----------------------|-------|
| 自己乳化型モノステアリンサングリセリン | 2.5 |
| ポリオキシエチレンソルビタンモノステアリン | |
| 酸エステル (20E.O.) | 1.5 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メト | |
| キシジベンゾイルメタン | 5.0 |
| ホホバ油 | 5.0 |
| B. | |
| プロピレングリコール | 5.0 |
| グリセリン | 5.0 |
| ビーガム (モンモリロナイト) | 5.0 |
| 水酸化カリウム | 0.3 |
| 有機酸および/またはその塩 | 0~0.5 |
| 水 | 残余 |

- 製法 -

A (油相) と B (水相) をそれぞれ 70°C に加熱し、完全溶解する。AをBに加えて、乳化機で乳化する。乳化物を熱交換機を用いて冷却してサンスクリーンクリームを得た。

着色の評価は、乳化直後の状態、また、経時ににおける変色の評価は、50°C に 1か月保存したときの状態で行なった。

結果を表-1~3 に示す。

表-1 (アスコルビン酸の場合)

| アスコルビン酸 の配合量 | 着色 (乳化直後) | 変色 (1か月後) |
|-----------------|--------------|--------------|
| 0% | × | × |
| 0.005 | ○ | △ |
| 0.01 | ○ | ○ |
| 0.05 | ○ | ○ |
| 0.1 | ○ | ○ |
| 0.5 | ○ | ○ |

着色 (変色) する ×
やや着色 (変色) する △
着色 (変色) しない ○

表-2 (クエン酸ナトリウムの場合)

| クエン酸ナトリウムの配合量 | 着色 (乳化直後) | 変色 (1か月後) |
|---------------|--------------|--------------|
| 0% | × | × |
| 0.005 | △ | △ |
| 0.01 | ○ | ○ |
| 0.05 | ○ | ○ |
| 0.1 | ○ | ○ |
| 0.5 | ○ | ○ |

(以下余白)

表-3 (グルコン酸の場合)

| グルコン酸 の配合量 | 着色 (乳化直後) | 変色 (1か月後) |
|---------------|--------------|--------------|
| 0% | × | × |
| 0.005 | ○ | ○ |
| 0.01 | ○ | ○ |
| 0.05 | ○ | ○ |
| 0.1 | ○ | ○ |
| 0.5 | ○ | ○ |

表-1~3 の結果より、本発明の皮膚外用剤は、製造直後の着色や、経時における変色のない品質の安定したものであることがわかる。

(以下余白)

試験例2.

試験例1. で用いた試料を石英のガラス板に5ミクロンの厚さで塗布し、分光光度計により紫外線吸収スペクトルの測定を行なった。

表-4～6には、試料調整直後の吸収ピークに対して50°Cに1か月保存した試料の吸収ピークの減少率のデータを示す。

表-4 (アスコルビン酸の場合)

| アスコルビン酸 の配合量 | 吸収ピークの 減少率 (%) |
|-----------------|-------------------|
| 0% | 22 |
| 0.005 | 15 |
| 0.01 | 9 |
| 0.05 | 5 |
| 0.1 | 3 |
| 0.5 | 1 |

表-5 (クエン酸ナトリウムの場合)

| クエン酸ナトリウム の配合量 | 吸収ピークの 減少率 (%) |
|-------------------|-------------------|
| 0% | 22 |
| 0.005 | 13 |
| 0.01 | 9 |
| 0.05 | 7 |
| 0.1 | 4 |
| 0.5 | 2 |

(以下余白)

表-6 (グルコン酸の場合)

| グルコン酸 の配合量 | 吸収ピークの 減少率 (%) |
|---------------|-------------------|
| 0% | 22 |
| 0.005 | 11 |
| 0.01 | 7 |
| 0.05 | 5 |
| 0.1 | 3 |
| 0.5 | 1 |

(以下余白)

実施例1 クリーム

| | |
|--------------------|-------|
| A. ステアリン酸 | 10.0% |
| ステアリルアルコール | 4.0 |
| ステアリン酸ブチル | 8.0 |
| ステアリン酸モノグリセリンエステル | 2.0 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4- | - |
| メトキシジベンゾイルメタン | 2.0 |
| 香料 | 0.4 |
| 防腐剤 | 適量 |
| B. プロピレングリコール | 10.0 |
| グリセリン | 4.0 |
| マルチトール | 1.0 |
| 水酸化カリウム | 0.4 |
| 乳酸ナトリウム | 0.05 |
| 精製水 | 残余 |

Aの油相部とBの水相部をそれぞれ70°Cに加熱し完全溶解する。A相をB相に加えて、乳化機で乳化する。乳化物を熱交換機を用いて冷却してクリームを得た。

実施例2 クリーム

| | |
|----------------------------------|------|
| A. セタノール | 4.0% |
| ワセリン | 7.0 |
| イソプロピルミリストート | 8.0 |
| スクワラン | 15.0 |
| ステアリン酸モノグリセリンエステル | 2.2 |
| P O E (20) ソルビタンセノステアレート | 2.8 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタン | 0.5 |
| 香料 | 0.3 |
| 固化防止剤 | 適量 |
| 防腐剤 | 適量 |
| B. グリセリン | 10.0 |
| ジプロピレングリコール | 5.0 |
| アスコルビン酸 | 0.01 |
| 精製水 | 現余 |

実施例1に準じてクリームを得た。

実施例4 ファウンデーション

| | |
|----------------------------------|------|
| A. セタノール | 3.5% |
| 脱臭ラノリン | 4.0 |
| ホホバ油 | 5.0 |
| ワセリン | 2.0 |
| スクワラン | 6.0 |
| ステアリン酸モノグリセリンエステル | 2.5 |
| P O E (60) 硬化ヒマシ油 | 1.5 |
| P O E (20) セチルエーテル | 1.0 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタン | 8.0 |
| 防腐剤 | 適量 |
| 香料 | 0.3 |
| B. プロピレングリコール | 10.0 |
| 調合粉末 | 12.0 |
| クエン酸 | 0.2 |
| クエン酸ナトリウム | 0.2 |
| 精製水 | 現余 |

実施例1に準じてファウンデーションを得た。

実施例3 乳液

| | |
|----------------------------------|------|
| A. スクワラン | 5.0% |
| オレイルオレート | 3.0 |
| ワセリン | 2.0 |
| ソルビタンセスキオレイン酸エステル | 0.8 |
| ポリオキシエチレンオレイルエーテル (20E.O.) | 1.2 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタン | 1.5 |
| 香料 | 0.3 |
| 防腐剤 | 適量 |
| B. 1,3ブチレングリコール | 5.0 |
| エタノール | 3.0 |
| カルボキシビニルポリマー | 0.2 |
| 水酸化カリウム | 0.1 |
| クエン酸ナトリウム | 0.05 |
| 精製水 | 現余 |

実施例1に準じて乳液を得た。

実施例5 化粧水

| | |
|----------------------------------|------|
| A. エタノール | 5.0% |
| P O E オレイルアルコールエーテル | 2.0 |
| 2-エチルヘキシル-P-ジメチルアミノベンゾエート | 0.18 |
| 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタン | 0.02 |
| 香料 | 0.05 |
| B. 1,3ブチレングリコール | 10.0 |
| グリセリン | 5.0 |
| アスコルビン酸 | 0.4 |
| 精製水 | 現余 |

Aのアルコール相をBの水相に添加し、可溶化して化粧水を得た。

特許出願人 株式会社 資生堂

手続補正書（自発）

昭和60年4月16日

5. 補正の内容

明細書の净書（オフセット印刷によるもの、
別紙のとおり（内容に変更なし））

特許庁長官 志賀 学 殿

以上

1. 事件の表示

昭和60年特許願第 56491号

2. 発明の名称

皮膚外用剤

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都中央区~~新宿区~~目5番5号名称 (195) 株式会社~~新~~生堂代表~~新~~野良~~新~~

4. 補正の対象

明細書全文

